

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-041113

(43)Date of publication of application : 13.02.1998

(51)Int.Cl.

H01F 1/06  
B22F 1/00  
C22C 33/02  
H01F 1/053

(21)Application number : 08-196412

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 25.07.1996

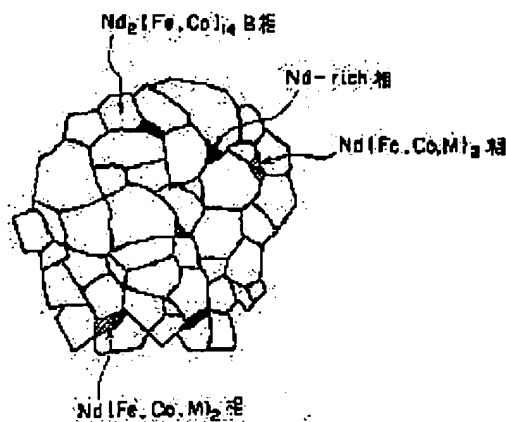
(72)Inventor : FUKATSU NOBUTO  
NAKAYAMA RYOJI  
MORIMOTO KOICHIRO

## (54) RARE EARTH MAGNET MATERIAL POWDER HAVING SUPERIOR MAGNETIC CHARACTERISTICS AND MANUFACTURE THEREOF

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide rare earth magnet material powder of superior magnetic characteristics which has an  $R_2(Fe, Co)_{14}B$  type intermetallic compound phase as a main phase.

SOLUTION: A recrystallization aggregate structure has, as a main phase, a structure in which recrystallized grains comprising a component composition, which has a rare earth element containing Y (hereinafter referred to as R), Fe, Co and B as main components, and which contains 0.001–5.0 atomic % of one or more species out of Zr, Si and Hf (hereinafter referred to as M), and an  $R_2(Fe, Co)_{14}B$  type intermetallic compound phase which employs a tetragonal structure whose recrystallized grain diameter is 0.05–50  $\mu m$  in average, adjoin one another, and contains R-rich phase in partial grain boundary. In R-(Fe, Co)-B-M based magnet material powder which comprises the structure, the recrystallization aggregate structure contains 0.1–1 vol% of a  $R(Fe, Co, M)_2$  in volume percentage.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

29.09.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]	3237053
[Date of registration]	05.10.2001
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]	
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]	
[Date of extinction of right]	

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-4111

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	片内整理番号	P I	技術表示
H 0 1 F	1/06		H 0 1 F 1/06	A
B 2 2 F	1/00		B 2 2 F 1/00	Y
C 2 2 C	33/02		C 2 2 C 33/02	J
H 0 1 F	1/063		H 0 1 F 1/04	H

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8)

(21) 出願番号 特願平8-196412

(22) 出願日 平成8年(1996) 7月25日

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 深津 宜人

埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社総合研究所内

(72) 発明者 中山 亮治

埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社総合研究所内

(72) 発明者 森本 耕一郎

埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社総合研究所内

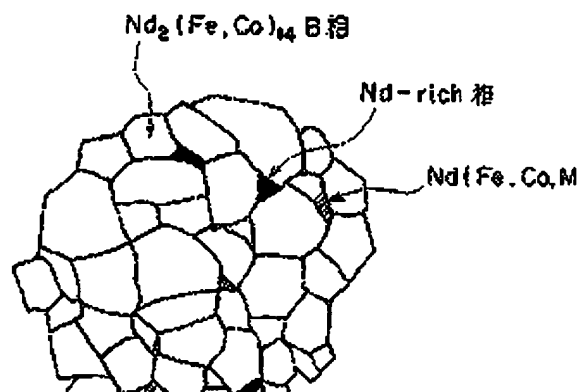
(74) 代理人 弁理士 宮田 和夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 優れた磁気特性を有する希土類磁石材料粉末およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】  $R_2(Fe, Co)_{14}B$  型金属間化合物相を主相とする優れた磁気特性を有する希土類磁石材料粉末を提供する。

【解決手段】 Yを含む希土類元素(以下、Rで示す)とFeとCoとBを主成分とし、さらに、Zr、Si、Hfのうち1種または2種以上(以下、Mで示す):  
 O. 001~5. 0原子%を含有する成分組成、並びに  
 平均再結晶粒径: O. 05~50  $\mu m$  の正方晶構造をとる  $R_2(Fe, Co)_{14}B$  型金属間化合物相からなる再



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Yを含む希土類元素（以下、Rで示す）とFeとCoとBを主成分とし、さらに、Zr、Si、Hfのうち1種または2種以上（以下、Mで示す）：

0.001～5.0原子%を含有する成分組成を有し、さらに、

平均再結晶粒径：0.05～50 $\mu$ mの正方晶構造をとる $R_2(Fe, Co)_2B$ 型金属間化合物相からなる再結晶粒が相互に隣接した組織を主相とし、一部粒界にR-rich相を含む再結晶集合組織を有するR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末において、前記再結晶集合組織は、R(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相を体積分率で0.1～1vol%含むことを特徴とする優れた磁気特性を有する希土類磁石材料粉末。

【請求項2】 請求項1記載の希土類磁石材料粉末を全体の希土類磁石材料粉末に体積比で50%以上含むことを特徴とする優れた磁気特性を有する希土類磁石材料粉末。

【請求項3】 RとFeとCoとBを主成分とし、さらに、M：0.001～5.0原子%を含有するR-(Fe, Co)-B-M系合金原料を、H<sub>2</sub>ガスまたはH<sub>2</sub>ガスと不活性ガスの混合雰囲気中で室温から昇温し、温度：500～1000℃に保持してH<sub>2</sub>を吸蔵させる水素吸蔵処理を施したのち、1Torr以下の真空雰囲気中、温度：800～1000℃に保持して脱水素処理を施し、ついで冷却し、粉碎するR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末の製造方法において、

前記水素吸蔵処理の途中において、H<sub>2</sub>ガスまたはH<sub>2</sub>ガスと不活性ガスの混合雰囲気から不活性ガス雰囲気に変換して500℃未満～室温の範囲内の温度まで急冷し、再びH<sub>2</sub>ガスまたはH<sub>2</sub>ガスと不活性ガスの混合雰囲気に変換して500℃まで昇温し、引き続き800℃まで1Torr以下の真空雰囲気中で昇温する処理（以下、急冷再加熱処理という）を少なくとも1回施すことを特徴とする優れた磁気特性を有する希土類磁石材料粉末の製造方法。

【請求項4】 前記水素吸蔵処理の途中における急冷再加熱処理は、H<sub>2</sub>ガスまたはH<sub>2</sub>ガスと不活性ガスの混合雰囲気から不活性ガス雰囲気に変換して10～300℃/minの冷却速度で500℃未満～室温の範囲内の

粉末の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、Yを含む元素（以下、Rで示す）とFeとCoとBを主成分とし、さらに、Zr、Si、Hfのうちの1種または2種以上（以下、Mで示す）：0.001～5.0原子%を含有するR<sub>2</sub>(Fe, Co)<sub>2</sub>B型金属間化合物相とする優れた磁気特性を有する希土類磁石材料およびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】RとFeとCoとBを主成分とし、M：0.001～5.0原子%を含有する成分組成、並びに平均再結晶粒径：0.05～50 $\mu$ mの正方晶構造をとるR<sub>2</sub>(Fe, Co)<sub>2</sub>B型金属間化合物相からなる再結晶粒が相互に隣接した組織を主相と部粒界にR-rich相を含む再結晶集合組織がR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末は、6-82575号公報などに記載されており知らる。また、この磁石材料粉末の製造方法として、R<sub>2</sub>(Fe, Co)<sub>2</sub>B型金属間化合物相を主相とR-(Fe, Co)-B-M系合金原料を、Arガス中、温度：600～1200℃に保持して均質し、または均質化処理せずに、R-(Fe, Co)-M系合金原料をH<sub>2</sub>ガスまたはH<sub>2</sub>ガスと不活性ガスの混合雰囲気中で室温から昇温し、温度：500～1000℃に保持してH<sub>2</sub>を吸蔵させたのち、真空または不活性ガス雰囲気中、温度：500～1000℃に保持して脱H<sub>2</sub>処理し、ついで冷却し、粉碎するR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末の製造方法公平7-68561号公報に記載されており知らる。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来のeとCoとBを主成分とし、さらに、M：0.05.0原子%を含有する成分組成、並びに平均再結晶粒径：0.05～50 $\mu$ mの正方晶構造をとるR<sub>2</sub>(Fe, Co)<sub>2</sub>B型金属間化合物相からなる再結晶相互に隣接した組織を主相とし、一部粒界にR-rich相を含む再結晶集合組織からなるR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末の製造方法

1000℃に保持して $H_2$ を吸蔵させる水素吸蔵処理を施したのち、1 Torr以下の真空雰囲気中または不活性ガス雰囲気中、温度：800～1000℃に保持して脱水素処理を施し、ついで冷却し、粉碎するR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末の製造方法において、前記水素吸蔵処理の途中において、 $H_2$ ガスまたは $H_2$ ガスと不活性ガスの混合雰囲気から不活性ガス雰囲気に変換して500℃未満～室温の範囲内の温度まで急冷し、再び $H_2$ ガスまたは $H_2$ ガスと不活性ガスの混合雰囲気に変換して500℃まで昇温し、引き続き800℃まで1 Torr以下の真空雰囲気中で昇温する処理（以下、急冷再加熱処理という）を少なくとも1回施すと、平均再結晶粒径：0.05～50μmの正方晶構造をとる $R_2(Fe, Co)_{11}$ B型金属間化合物相からなる再結晶粒が相互に隣接した組織を主相とし、一部粒界にR-rich相を含む再結晶集合組織の中にR(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相が体積分率で0.1～1vol%生成し、このR(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相を体積分率で0.1～1vol%含む再結晶集合組織を有する希土類磁石材料粉末は、従来のR(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相の無い希土類磁石材料粉末よりも一層磁気特性の優れるという研究結果が得られたのである。

【0005】この発明は、かかる研究結果に基づいて成されたものであって、(1) RとFeとCoとBを主成分とし、さらにM：0.001～5.0原子%を含有する成分組成、並びに平均再結晶粒径：0.05～50μmの正方晶構造をとる $R_2(Fe, Co)_{11}$ B型金属間化合物相からなる再結晶粒が相互に隣接した組織を主相とし、一部粒界にR-rich相を含む再結晶集合組織からなるR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末において、前記再結晶集合組織は、R(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相を体積分率で0.1～1vol%含む優れた磁気特性を有する希土類磁石材料粉末、(2) RとFeとCoとBを主成分とし、さらに、M：0.001～5.0原子%を含有するR-(Fe, Co)-B-M系合金原料を、 $H_2$ ガスまたは $H_2$ ガスと不活性ガスの混合雰囲気中で室温から昇温し、温度：500～1000℃に保持して $H_2$ を吸蔵させる水素吸蔵処理を施したのち、1 Torr以下の真空雰囲気中または不活性ガス雰囲気中、温度：800～1000℃に保持して脱水素処理を施

り、R(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相を体積分率で0.1～1vol%含む組織の磁石材料粉末を100体積%希土類磁石材料粉末を作ることには難しい。しかし本らば、前記(1)に記載の磁石材料粉末が全体の90%存在すれば十分な磁気特性が得られることをた。したがって、この発明は、(3)前記(1)希土類磁石材料粉末を全体の希土類磁石材料粉末比で50%以上含む優れた磁気特性を有する希土材料粉末に特徴を有するものである。

【0007】平均再結晶粒径：0.05～50μm細な $R_2(Fe, Co)_{11}$ B型金属間化合物相が再結晶粒が相互に隣接した組織を主相とし、一部R-rich相を含む再結晶集合組織からなるR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末において、R(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相を体積分率で0.1～1vol%含む希土類磁石材料粉末は、磁気特性、特に保磁力する。R(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相が体積分率で0.01%未満含んでも十分な磁気特性、特に保磁力は見られず、一方、R(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相を率で1vol%を越えて含むと、かえって、磁気低下するので好ましくない。従って、この発明の(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末の組織にるR(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相の体積分率は0.1～0.1%に定めた。R(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相の体の一層好ましい範囲は、0.4～0.8vol%る。かかるR(Fe, Co, M)<sub>2</sub>相を体積分率1～1vol%存在する磁石材料粉末は、磁石材料全体の50体積%含まれていれば十分に磁気特性な磁石が得られる。従って、この発明のR-(Fe, Co)-B-M系磁石材料粉末は、R(Fe, Co)<sub>2</sub>相が体積分率で0.1～1vol%組織に存在石材料粉末を全体の50%以上含むR-(Fe, Co)-B-M系希土類磁石材料粉末をも含むものであ【0008】また、この発明の優れた磁気特性を希土類磁石材料粉末を製造するためのRとFeとBを主成分とし、さらに、M：0.001～5.0%を含有するR-(Fe, Co)-B-M系合金は、Arガス雰囲気中、温度：600～1200℃保持して均質化処理したR-(Fe, Co)-B-M系合金原料を使用することが好ましい。従って、この

とも1回施す優れた磁気特性を有する希土類磁石材料粉末の製造方法に特徴を有するものである。

【0009】前記水素吸蔵処理の途中における急冷再加熱処理は、一層詳しくは $H_2$ ガスまたは $H_2$ ガスと不活性ガスの混合雰囲気から不活性ガス雰囲気に変換して $10 \sim 300^\circ\text{C}/\text{min}$ の冷却速度で $500^\circ\text{C}$ 未満～室温の範囲内の温度まで急冷し、再び $H_2$ ガスまたは $H_2$ ガスと不活性ガスの混合雰囲気に変換して $5 \sim 50^\circ\text{C}/\text{min}$ の昇温速度で $500^\circ\text{C}$ まで昇温し、引き続き $800^\circ\text{C}$ まで $1\text{ Torr}$ 以下の真空雰囲気中、 $5 \sim 50^\circ\text{C}/\text{min}$ の昇温速度で昇温する処理である。

【0010】

【発明の実施の形態】

実施例1

高周波溶解炉を用い、 $\text{Nd}:12.5\%$ 、 $\text{Co}:5\%$ 、 $\text{B}:6\%$ 、 $\text{Zr}:0.1\%$ 、 $\text{Fe}$ :残部(原子%)からなる成分組成の合金を $\text{Ar}$ ガス雰囲気中で溶解し、鑄造して鑄塊を製造した。この鑄塊を $\text{Ar}$ 雰囲気中、温度: $1100^\circ\text{C}$ に20時間保持の条件で均質化処理したのち、 $20\text{mm}$ 角以下のブロックに粉砕し、1気圧の水素雰囲気中で室温から $870^\circ\text{C}$ まで昇温することにより水素を吸蔵させ、1気圧の水素雰囲気を保持したまま $870^\circ\text{C}$ に1時間保持して水素を吸蔵させることにより第1水素吸蔵処理を施したのち、1気圧の水素雰囲気から $\text{Ar}$ 雰囲気に置換すると同時に $100^\circ\text{C}/\text{min}$ の冷却速度で $200^\circ\text{C}$ の温度まで急冷し、再び、雰囲気を1気圧の水素雰囲気に置換して $20^\circ\text{C}/\text{min}$ の加熱速度で $500^\circ\text{C}$ まで昇温し、引き続いて雰囲気を $1 \times 10^{-4}\text{ Torr}$ の真空雰囲気に置換して $800^\circ\text{C}$ まで昇温する急冷再加熱処理を施し、再び、雰囲気を1気圧の水素雰囲気に置換して $850^\circ\text{C}$ に1時間保持することにより第2水素吸蔵処理を施し、ついで温度を $850^\circ\text{C}$ に保持しながら $1 \times 10^{-4}\text{ Torr}$ の真空雰囲気になるまで強制的に水素を放出させて脱水素処理を施したのち、 $\text{Ar}$ ガス中で常温に冷却し $400\mu\text{m}$ 以下に粉砕した。

【0011】これら第1水素吸蔵処理、急冷再加熱処理、第2水素吸蔵処理および脱水素処理の一連の工程を一層理解し安くするために、これら工程を図1に示した。図1からも分かるように、この発明の製造方法は、第1水素吸蔵処理と第2水素吸蔵処理の間に急冷再加熱

料粉末についてその組織を走査型電子顕微鏡で観た。その結果、希土類磁石材料粉末の中に、今まられない析出物が粒界に存在する粉末が見つかり析出物を $\text{EPMA}$ により定量分析した結果、 $\text{R}(\text{Co}, \text{Zr})$ 、相であることが確定した。その組織型電子顕微鏡で観察した組織の写生図を図2にた。さらに、希土類磁石材料粉末の組織における $\text{e}, \text{Co}, \text{Zr}$ 、相は、体積率で $0.1 \sim 1\%$ 内で含んでいた。この $\text{R}(\text{Fe}, \text{Co}, \text{Zr})$ 、 $0.1 \sim 1\text{ vol}\%$ の範囲内で含む粉末は、実施より得られた希土類磁石材料粉末全体の $62\text{ vol}\%$ に占めていることが分かった。この実施例1によりた希土類磁石材料粉に3重量%のエポキシ樹脂を混練し、 $25\text{ kOe}$ の構造場中で圧力: $6\text{ ton/cm}^2$ で圧縮成形して圧粉体を作製し、この圧粉体を $100^\circ\text{C}$ 、1時間熱硬化してボンド磁石を作このボンド磁石の磁気特性を測定し、その結果を示した。

【0013】従来例1

実施例1で用意した均質化処理した $\text{Nd}:12.5\%$ 、 $\text{Co}:5\%$ 、 $\text{B}:6\%$ 、 $\text{Zr}:0.1\%$ 、 $\text{Fe}$ : $(\text{原子}\%)$ からなる成分組成の合金の $20\text{mm}$ 角ブロックを、1気圧の水素雰囲気中で室温から $870^\circ\text{C}$ まで昇温することにより水素を吸蔵させ、1気圧雰囲気を保持したまま $870^\circ\text{C}$ に1時間保持して吸蔵させることにより第1水素吸蔵処理を施した $850^\circ\text{C}$ まで昇温し、 $850^\circ\text{C}$ に1時間保持するより第2水素吸蔵処理を施し、ついで温度を $850^\circ\text{C}$ に保持しながら $1 \times 10^{-4}\text{ Torr}$ の真空雰囲気にて強制的に水素を放出させて脱水素処理を施した $\text{Ar}$ ガス中で常温に冷却し、 $400\mu\text{m}$ 以下に粉砕することにより希土類磁石材料粉末を製造した。

【0014】この従来例1により得られた希土類材料粉末には、 $\text{R}(\text{Fe}, \text{Co}, \text{Zr})$ 、相が見られた。この従来例1により得られた希土類磁石材料粉末を3重量%のエポキシ樹脂を加えて混練し、 $25$ の構造場中で圧力: $6\text{ ton/cm}^2$ で圧縮成形粉体を作製し、この圧粉体をオープンで $100^\circ\text{C}$ 間熱硬化してボンド磁石を作製し、このボンド磁気特性を測定し、その結果を表1に示した。

種別	希土類磁石材料粉末全体に含まれる対するR (Fe, Co, Zr) ; 相含有粉末の割合 (vol%)	ボンド磁石の磁気特性		
		Br (kG)	I Hc (kOe)	BHmax (MGDe)
実施例1	62	8.0	11.4	13.3
従来例1	—	7.9	10.4	13.6

【0016】表1に示される結果から、R (Fe, Co, Zr) ; 相含有粉末が全体の62 vol%含む実施例1により得られた希土類磁石材料粉末は、R (Fe, Co, Zr) ; 相を含まない従来例1により得られた希土類磁石材料粉末よりも優れた磁気特性を有することが分かる。

#### 【0017】実施例2

高周波溶解炉を用い、Nd:12.5%、Co:5%、B:6%、Si:0.5%、Fe:残部(原子%)からなる成分組成の合金をArガス雰囲気中で溶解し、鑄造して錠塊を製造した。この錠塊をAr雰囲気中、温度:1150℃に15時間保持の条件で均質化処理したのち、20mm角以下のブロックに粉碎し、1気圧の水素雰囲気中で室温から800℃まで昇温することにより水素を吸蔵させ、1気圧の水素雰囲気を保持したまま800℃に1時間保持して水素を吸蔵させることにより第1水素吸蔵処理を施したのち、1気圧の水素雰囲気からAr雰囲気に置換すると同時に200℃/minの冷却速度で300℃の温度まで急冷し、再び、雰囲気を1気圧の水素雰囲気に置換して20℃/minの加熱速度で500℃まで昇温し、引き続いて雰囲気を $1 \times 10^{-4}$  Torrの真空雰囲気に置換して800℃まで昇温する急冷再加熱処理を施し、再び、雰囲気を1気圧の水素雰囲気に置換して800℃に0.5時間保持することにより第2水素吸蔵処理を施し、ついで温度を800℃に保持しながら $1 \times 10^{-4}$  Torrの真空雰囲気になるまで強制的に水素を放出させて脱水素処理を施したのち、Arガス中で室温に冷却し400μm以下に粉碎した。

【0018】この実施例2により得られた希土類磁石材料粉末について、その組織を走査型電子顕微鏡で観察

末は、実施例2により得られた希土類磁石材料粉末の54 vol%存在していることが分かった。さの実施例2により得られた希土類磁石材料粉末に%のエポキシ樹脂を加えて混練し、25kOeの中で圧力:6 ton/cm<sup>2</sup>で圧縮成形して圧粉製し、この圧粉体をオープンで100℃、1時間してボンド磁石を作製し、このボンド磁石の磁気測定し、その結果を表2に示した。

#### 【0019】従来例2

実施例2で用意した均質化処理したNd:12.5%、Co:5%、B:6%、Si:0.5%、Fe: (原子%)からなる成分組成の合金の20mm角ブロックを、1気圧の水素雰囲気中で室温から800℃まで昇温することにより水素を吸蔵させ、1気圧の水素雰囲気を保持したまま800℃に1時間保持して吸蔵させることにより第1水素吸蔵処理を施した800℃まで昇温し、800℃に1時間保持するより第2水素吸蔵処理を施し、ついで温度を800℃保持しながら $1 \times 10^{-4}$  Torrの真空雰囲気に強制的に水素を放出させて脱水素処理を施したArガス中で室温に冷却し、400μm以下に粉砕することにより希土類磁石材料粉末を製造した。

【0020】この従来例2により得られた希土類材料粉末に3重量%のエポキシ樹脂を加えて混練し、kOeの偏磁場中で圧力:6 ton/cm<sup>2</sup>で圧して圧粉体を作製し、この圧粉体をオープンで100℃、1時間熱硬化してボンド磁石再び、雰囲気を1水素雰囲気に置換して800℃に0.5時間保持とによりボンド磁石を作製し、このボンド磁石の特性を測定し、その結果を表2に示した。

種別	希土類磁石材料粉末全体に含まれる対するR (Fe, Co, Si), 相含有粉末の割合 (vol%)	ボンド磁石の磁気特性		
		Br (kG)	1Hc (kOe)	BHmax (MG0e)
実施例2	54	7.4	14.2	11.4
従来例2	—	7.2	13.3	10.1

【0022】表2に示される結果から、R (Fe, Co, Si), 相含有粉末が全体の54 vol%含む実施例2により得られた希土類磁石材料粉末は、R (Fe, Co, Si), 相を含まない従来例2により得られた希土類磁石材料粉末よりも優れた磁気特性を有することが分かる。

#### 【0023】実施例3

高周波溶解炉を用い、Nd:10.5%, Pr:2.0%, Co:5%, B:6%, Zr:0.1%, Fe:残部(原子%)からなる成分組成の合金をArガス雰囲気中で溶解し、鑄造して鑄塊を製造した。この鑄塊をArガス雰囲気中、温度:1120℃に15時間保持の条件で均質化処理したのち、20mm角以下のブロックに粉砕し、1気圧の水素雰囲気中で室温から900℃まで昇温することにより水素を吸蔵させ、1気圧の水素雰囲気を保持したまま900℃に1時間保持して水素を吸蔵させることにより第1水素吸蔵処理を施したのち、1気圧の水素雰囲気からArガス雰囲気に置換すると同時に200℃/minの冷却速度で300℃の温度まで急冷し、再び、雰囲気を1気圧の水素雰囲気に置換して15℃/minの加熱速度で500℃まで昇温し、引き続き雰囲気を $1 \times 10^{-1}$  Torrの真空雰囲気に置換して800℃まで昇温する急冷再加熱処理を施し、再び、雰囲気を1気圧の水素雰囲気に置換して870℃に1時間保持することにより第2水素吸蔵処理を施し、ついで温度を870℃に保持しながら $1 \times 10^{-1}$  Torrの真空雰囲気になるまで強制的に水素を放出させて脱水素処理を施したのち、Arガス中で室温に冷却し400μm以下に粉砕した。

【0024】この実施例3により得られた希土類磁石材

o, Zr), 相を0.1~1 vol%の範囲内で末は、実施例3により得られた希土類磁石材料粉末の71 vol%存在していることが分かった。さの実施例3により得られた希土類磁石材料粉末に%のエポキシ樹脂を加えて混練し、25 kOeの中で圧力:6 ton/cm<sup>2</sup>で圧縮成形して圧粉製し、この圧粉体をオーブンで100℃、1時間してボンド磁石を作製し、このボンド磁石の磁気測定し、その結果を表3に示した。

#### 【0025】従来例3

実施例3で用意した均質化処理したNd:10.5%, Pr:2.0%, Co:5%, B:6%, Zr:0.1%, Fe:残部(原子%)からなる成分組成の合金20mm角以下のブロックを、1気圧の水素雰囲気中から900℃まで昇温することにより水素を吸蔵させ、1気圧の水素雰囲気を保持したまま900℃間保持して水素を吸蔵させることにより第1水素吸蔵処理を施したのち、870℃まで昇温し、870℃間保持することにより第2水素吸蔵処理を施し、温度を870℃に保持しながら $1 \times 10^{-1}$  Torrの真空雰囲気になるまで強制的に水素を放出させて脱水素処理を施したのち、Arガス中で室温に冷却し、4mm以下に粉砕することにより希土類磁石材料粉末した。

【0026】この従来例3により得られた希土類材料粉末に3重量%のエポキシ樹脂を加えて混練し、kOeの偏磁場中で圧力:6 ton/cm<sup>2</sup>で圧して圧粉体を作製し、この圧粉体をオーブンで100℃、1時間熱硬化してボンド磁石を作製し、この磁石の磁気特性を測定し、その結果を表3に示し、



種別	希土類磁石材料粉末全体に含まれる対するR (Fe, Co, Zr) : 相含有粉末の割合 (vol%)	ボンド磁石の磁気特性		
		Br (kG)	JHc (kOe)	BHmax (MGoe)
実施例3	71	8.2	11.9	15.0
従来例3	—	8.2	10.7	14.1

【0028】表3に示される結果から、R (Fe, Co, Zr)、相含有粉末が全体の71vol%含む実施例3により得られた希土類磁石材料粉末は、R (Fe, Co, Zr)、相を含まない従来例3により得られた希土類磁石材料粉末よりも優れた磁気特性を有することが分かる。

#### 【0029】実施例4

高周波溶解炉を用い、Nd:11.5%、Pr:2.0%、Co:5%、B:6%、Hf:0.1%、Fe:残部(原子%)からなる成分組成の合金をArガス雰囲気中で溶解し、鑄造して铸塊を製造した。この铸塊をAr雰囲気中、温度:1050℃に25時間保持の条件で均質化処理したのち、20mm角以下のブロックに粉碎し、1気圧の水素雰囲気中で室温から850℃まで昇温することにより水素を吸蔵させ、1気圧の水素雰囲気を保持したまま850℃に0.5時間保持して水素を吸蔵させることにより第1水素吸蔵処理を施したのち、1気圧の水素雰囲気からAr雰囲気に置換すると同時に300℃/minの冷却速度で100℃の温度まで急冷し、再び、雰囲気を1気圧の水素雰囲気に置換して10℃/minの冷却速度で500℃まで昇温し、引き続いて雰囲気を $1 \times 10^{-1}$  Torrの真空雰囲気に置換して800℃まで昇温する急冷再加熱処理を施し、再び、雰囲気を1気圧の水素雰囲気に置換して850℃に1時間保持することにより第2水素吸蔵処理を施し、ついで温度を850℃に保持しながら $1 \times 10^{-1}$  Torrの真空雰囲気になるまで強制的に水素を放出させて脱水素処理を施したのち、Arガス中で常温に冷却し400μm以下に粉碎した。

【0030】この実施例4により得られた希土類磁石材

o, Zr)、相を0.1~1vol%の範囲内で末は、実施例4により得られた希土類磁石材料粉末の83vol%存在していることが分かった。さの実施例4により得られた希土類磁石材料粉末に%のエポキシ樹脂を加えて混練し、25kOeの中で圧力:6ton/cm<sup>2</sup>で圧縮成形して圧粉製し、この圧粉体をオープンで100℃、1時間してボンド磁石を作製し、このボンド磁石の磁気測定し、その結果を表4に示した。

#### 【0031】従来例4

実施例4で用意した均質化処理したNd:11.5%、Pr:2.0%、Co:5%、B:6%、Hf:0.1%、Fe:残部(原子%)からなる成分組成の合金20mm角以下のブロックを、1気圧の水素雰囲気中から850℃まで昇温することにより水素を吸蔵させ、1気圧の水素雰囲気を保持したまま850℃間保持して水素を吸蔵させることにより第1水素処理を施したのち、850℃まで昇温し、850℃間保持することにより第2水素吸蔵処理を施し、温度を850℃に保持しながら $1 \times 10^{-1}$  Torrの真空雰囲気になるまで強制的に水素を放出させて脱処理を施したのち、Arガス中で室温に冷却し、4mm以下に粉碎することにより希土類磁石材料粉末した。

【0032】この従来例4により得られた希土類材料粉末に3重量%のエポキシ樹脂を加えて混練し、kOeの静磁場中で圧力:6ton/cm<sup>2</sup>で圧して圧粉体を作製し、この圧粉体をオープンで1℃、1時間熱硬化してボンド磁石を作製し、この磁石の磁気特性を測定し、その結果を表4に示し

種別	希土類磁石材料粉末全体に含まれる対するR (Fe, Co, Hf) ; 相含有粉末の割合 (vol%)	ボンド磁石の磁気特性		
		Br (kG)	1 Hc (kOe)	BHmax (MG0e)
実施例4	83	8.7	8.9	17.5
従来例4	—	8.5	7.7	16.2

【0034】表4に示される結果から、R (Fe, Co, Hf) ; 相含有粉末が全体の83 vol%含む実施例4により得られた希土類磁石材料粉末は、R (Fe, Co, Hf) ; 相を含まない従来例4により得られた希土類磁石材料粉末よりも優れた磁気特性を有することが分かる。

【0035】

【発明の効果】上述のように、この発明は、成分組成が同じであっても、組織中にR (Fe, Co, M) ; 相を\*

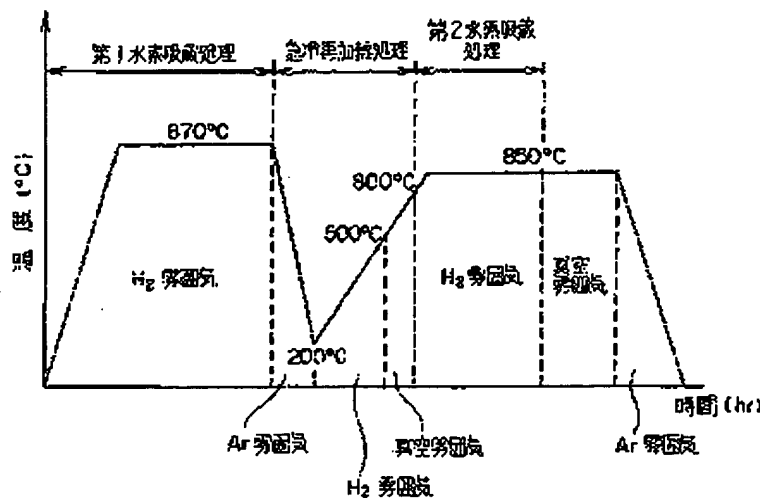
\*含ませることにより磁気特性が一層優れた希土類材料粉末を提供することができ、産業上優れた効果るものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1の第1水素吸蔵処理、急冷再加熱、第2水素吸蔵処理および脱水素処理の一連の説明するための示すグラフである。

【図2】この発明のR (Fe, Co, M) ; 相を希土類磁石材料粉末組織の写生図である。

【図1】



【図2】

